

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-288863  
(43)Date of publication of application : 27.10.1998

---

(51)Int.Cl. G03G 9/09  
G03G 9/087

---

(21)Application number : 09-095411 (71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD  
(22)Date of filing : 14.04.1997 (72)Inventor : MIYAJIMA KOICHIRO  
MAKI HITOSHI

---

## (54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING YELLOW TONER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an electrostatic charge image developing yellow toner that hardly generates emit odor when it is used.

**SOLUTION:** This yellow toner is prepared by kneading a disazo pigment with at least a binder resin and controlling a content of amines to  $\leq 20$  ppm. The disazo pigment is prepared by causing a tetrazopbenzidine solution to react with a coupler solution containing a stoichiometrically excessive amount of acetoanilides to the benzidines and adding a hypoiodite to the obtained disazo pigment slurry to decompose the excess of acetoanilides into an NH<sub>3</sub> gas and water-soluble organic matter and to reduce amounts of acetoanilides in the pigment and aromatic amines derived from acetoanilides.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 01.04.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 28.10.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## 特開平10-288863

(43)公開日 平成10年(1998)10月27日

(51) Int.Cl. <sup>a</sup> G 0 3 G 9/09 9/087	翻別記号 F I G 0 3 G 9/08 3 6 1 3 8 1	審査請求 未請求 請求項の数: 8 O L (全 8 頁)
(21) 出願番号 特願平9-95411	(71) 出願人 東洋インキ製造株式会社	
(22) 出願日 平成9年(1997)4月14日	東京都中央区京橋2丁目3番13号	
(72) 発明者 菅島 治一郎 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内	牧 純 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内	

## (54) [発明の名称] 静電荷像現像用イエロートナー

## (57) [要約] (修正有)

【課題】 使用時に臭気を生じ難い静電荷像現像用イエロートナーを提供する。

【解決手段】 ジスアゾ顔料(1)と、少なくとも結着樹脂とを溶融混練して成り、アミン類の含有量が20 ppm以下であることを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。ジスアゾ顔料(1)は、ベンジン類のテトランオ溶媒と、該ベンジン類に対して化学量論的に過剰のアセトアセトアニド類を含むカップラー液とをカッティング反応させて得られるジスアゾ顔料スラリーに、次亜ヨウ素無機塩を添加し、次いでpH 5. 5以下に調製して、析出させたヨウ素により過剰のアセトアセトアニド類を処理することを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項1】 ジスアゾ顔料(1)が、ベンジン類によって過剰のアセトアセトアニド類を処理した後に、乾燥工程を経ずに水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアゾ顔料(3)であることを特徴とする請求項2記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項4】 ジスアゾ顔料(1)が、析出ヨウ素によって過剰のアセトアセトアニド類を処理した後に、乾燥工程を経てから水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアゾ顔料(4)であることを特徴とする請求項2記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項5】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と水との混合物を分散用樹脂と共に加熱混練し、水を除去して後に、結着樹脂を加え溶融混練して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項6】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と水との混合物を分散用樹脂と共に加熱混練し、水を除去して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項7】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と結着樹脂と共に加熱混練して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項8】 ジスアゾ顔料(1)～(4)の平均粒径が0.3 μm以下であり、顔料粒子の長径と短径の比が3.0以下であることを特徴とする請求項1ないし7いずれか記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】 本発明は、電子写真法、静電記録法、静電印刷法における静電荷像の現像のために使用されるイエロートナーに関する。

【0002】 電子写真法としては米国特許第2, 29

【請求項1】 ジスアゾ顔料(1)と、少なくとも結着樹脂とを溶融混練して成り、アミン類の含有量が20 ppm以下であることを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項2】 ジスアゾ顔料(1)が、ベンジン類のテトランオ溶媒と、該ベンジン類に対して化学量論的に過剰のアセトアセトアニド類を含むカップラー液とをカッティング反応させて得られるジスアゾ顔料スラリーに、次亜ヨウ素無機塩を添加し、次いでpH 5. 5以下に調製して、析出させたヨウ素により過剰のアセトアセトアニド類を処理することを特徴とする静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項3】 ジスアゾ顔料(1)が、析出ヨウ素によつて過剰のアセトアセトアニド類を処理した後に、乾燥工程を経ずに水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアゾ顔料(3)であることを特徴とする請求項2記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項4】 ジスアゾ顔料(1)が、析出ヨウ素によつて過剰のアセトアセトアニド類を処理した後に、乾燥工程を経てから水溶性の無機塩及び水溶性溶剤を添加し、混練した後に該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去してなる処理ジスアゾ顔料(4)であることを特徴とする請求項2記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項5】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と水との混合物を分散用樹脂と共に加熱混練し、水を除去して後に、結着樹脂を加え溶融混練して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項6】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と水との混合物を分散用樹脂と共に加熱混練し、水を除去して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項7】 該水溶性の無機塩及び該水溶性溶剤を除去した後、ジスアゾ顔料(3)又は(4)と結着樹脂と共に加熱混練して成ることを特徴とする請求項3又は4記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【請求項8】 ジスアゾ顔料(1)～(4)の平均粒径が0.3 μm以下であり、顔料粒子の長径と短径の比が3.0以下であることを特徴とする請求項1ないし7いずれか記載の静電荷像現像用イエロートナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】 本発明は、電子写真法、静電

記録法、静電印刷法における静電荷像の現像のために使

用されるイエロートナーに関する。

【0002】 電子写真法としては米国特許第2, 29

50

7, 6 9 1号明細書、特公昭42-2 3 9 10号公報等の種々の方法が知られているが、光導電性物質を用いて複数の手段により感光体上に静電荷像を形成し、潜像を現像剤で現像し、紙等の転写材にトナーが画面像を転写した後、加熱、圧力、加熱加圧あるいは溶剂蒸気などにより定着しコピーセルを得る。また通常残留した現像剤を除去するクリーニング工程が設けられている。静電潜像を可視化する現像方法は例えば、米国特許第2, 8 7 4, 0 6 3号明細書に記載されている蒸気ブラン法、同2, 6 1 8, .5 2 2号明細書に記載のガスカート現像法、同3, 9 0 9, 2 5 8号明細書に記載の導電性の磁性現像剤を用いる方法などが知られている。これらの現像法に適用する現像剤としては、従来、天然あるいは合成樹脂中に染料又は顔料を分散させた微粉末が用いられている。例えば、ポリエチレンなどの結着樹脂中に着色剤を分散させたものを1～20 μm程度に微粉碎した粒子が現像剤として使用されている。また、2成分現像剤を用いる場合には、現像剤が通常鉄粉などのキャリア粒子と混合されて用いられている。近年、このような記録方法は一般的な複写機だけでなくコンピューターの出力などに広く使用されているため、要求される性能もより高度になり、小型化、軽量化、低エネルギー化、メンテナンスフリ化といった種々の要求がなされるようになつてきた。これらの要求を満たすために、現像剤に対する要求も日々厳しくなつてきている。

【0003】 ジスアゾ顔料は、ベンジン類のテトラン成分とカップラーと呼ばれるアセトアセトアニド類とをカップリング反応させることにより得られる。カップリング反応は、カップラー粒子を分散させた弱酸性の水性スラリー中にテトラン水溶液を注入することによって行われる。

【0004】 一方、カップラーは、アルカリ側では良くな

べてカップラーと反応するような条件で行われる。強酸性化ではかなり不安定であるが、この領域ではカップリング反応も殆ど進行しない。このためカップリング反応は、化学的に不安定で容易に分解や縮合する。この傾向は特にアルカリ側で顕著で直ちに分解する。

【0005】 テトラン成分は、弱酸性下で直ちに分解する。強酸性化ではかなり不安定であるが、この領域ではカ

ップリング反応も殆ど進行しない。このためカップリング反応は、弱酸性下で直ちに注入したテトランが直ちに

溶解するものの、カップリング反応が行われる弱酸性下では溶解性がかなり悪く、大部分は固体で存在する。従

って、カップリング反応は、カップラー粒子を分散させた弱酸性の水性スラリー中にテトラン水溶液を注入する固

液反応として行われる。このため、カップラーの溶解が

何らかの理由で不十分だと、高い反応率が得られないこ

とが多くなる。

【0005】 カップリング反応の反応率は、水性スラリ

ー中にカップラーを微細に良く分散せしめることによつて向上させることができる。カップラー粒子の調整には





上記ジスアソ系顔料と水との混合物 (固形分50%)	1.00部	1.02	1.04
繊状オリエスフル樹脂	5.0部	5.0部	5.0部
高分子分散剤			
（三井樹脂（株）製）	で混合後、エクストルーダーで溶*		
非線状ポリエスチル樹脂			
上記樹脂分散型ジスアソ系顔料 (C. 1. ピグメントイエロー-17) 6部	* 脱脂練し、粉碎、分散してイエロートナー粒子を得た。		
得られたイエロートナー粒子の体積平均粒径をコールタ			
カウント（T A-II）で求めたところ 8. 5 $\mu$ m で			
あった。上記イエロートナー粒子に対して疎水化処理し	10		
たアナーチセ型酸化チタン微粒子を 0. 6% 添加し、イ			
エロートナーとした。			
【0052】【比較例1～3】実施例1において合成例			
1～3のかわりに比較合成例1～3の顔料を使用する以			
外は実施例1と同様にしてトナーを得た。			
【0053】（アミン類の定量）以上の各合成例、比較			
合成例で得られたジスアソ顔料、及び実施例、比較例の			
トナーのテトラヒドロフラン（THF）抽出液に含まれ			
るアセトアセト- $\alpha$ -キシリジド、アセトアセト- $\alpha$ -			
トリイジド、アセトアセト- $\alpha$ -ニシジド、アセトア	20		
セト-2、5'-ジメトキシ-4-クロロアニリドや $\alpha$ -			
キシリジン、 $\alpha$ -トルイジン、 $\alpha$ -アニシジン、2、			
5'-ジメトキシ-4-クロロアニリンを高速液体クロ			
マトグラフにより分離、定量し、それらの含有率を求			

上記樹脂分散型ジスアソ系顔料 (C. 1. ピグメントイエロー-17) 6部	2. 5部	9.4部	9.4部
実施例1	7.71771-0-7ニジド	1ppm以下	1ppm以下
C. 1. P. 1D-13	セテオセト-0-7ニジド	1ppm以下	1ppm以下
実施例2	7.71771-0-7ニジド	0-1ppm	5ppm以下
C. 1. P. 1D-14	10ppm以下	0-1ppm	15ppm以下
実施例2	7.71771-0-7ニジド	0-1ppm	1ppm以下
C. 1. P. 1D-14	1ppm以下	0-1ppm	2ppm以下
実施例3	7.71771-2-5-ジメトキシ-4	2.5-ジメトキシ-4-ケロビ	35ppm以下
C. 1. P. 1D-83	ケロビコド 80ppm以下	1.5ppm以下	115ppm以下
実施例3	7.71771-2-5-ジメトキシ-4	2.5-ジメトキシ-4-ケロビ	5ppm以下
C. 1. P. 1D-83	ケロビコド 10ppm以下	1ppm以下	8ppm以下
合成例4	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	5ppm以下
C. 1. P. 1D-17	4ppm以下	0-7ニジド	5ppm以下
実施例4	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	20ppm以下
C. 1. P. 1D-17	1ppm以下	0-7ニジド	5ppm以下
比較合成例1	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	39ppm
C. 1. P. 1D-13	9600ppm	59ppm	9639ppm
比較合成例1	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	571ppm
C. 1. P. 1D-13	511ppm	59ppm	571ppm
比較合成例2	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	8551ppm
C. 1. P. 1D-14	8500ppm	51ppm	8551ppm
比較例2	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	506ppm
C. 1. P. 1D-14	453ppm	53ppm	506ppm
比較合成例3	7.71771-0-7ニジド	0-7ニジド	8349ppm
C. 1. P. 1D-17	8300ppm	43ppm	8349ppm
比較例3	7.セトセト-0-7ニジド	0-7ニジド	494ppm
C. 1. P. 1D-17	442ppm	52ppm	494ppm

[表1] [0056]

実験例	実験例	実験例	実験例	比較例	比較例
1	2	3	4	2	3
○	10	10	9	10	5
△	0	0	1	0	3
×	0	0	0	3	3
△	0	0	2	1	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
○	0	0	0	2	1
△	0	0	0	2	1
×					